

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平8-264361

(43) 公開日 平成8年(1996)10月11日

(51) Int.Cl. ⁶	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
H 0 1 F 41/02			H 0 1 F 41/02	G
B 2 2 F 3/14			C 2 2 C 1/04	M
C 2 2 C 1/04			33/02	K
33/02			B 2 2 F 3/14	1 0 1 B
H 0 1 F 1/053			H 0 1 F 1/04	H
審査請求 未請求 請求項の数 7 O L (全 6 頁)				

(21) 出願番号 特願平7-69686

(22) 出願日 平成7年(1995)3月28日

(71) 出願人 000002369

セイコーエプソン株式会社
東京都新宿区西新宿2丁目4番1号

(72) 発明者 武居 充

長野県諏訪市大和3丁目3番5号 セイコーエプソン株式会社内

(72) 発明者 中村 良樹

長野県諏訪市大和3丁目3番5号 セイコーエプソン株式会社内

(74) 代理人 弁理士 鈴木 喜三郎 (外1名)

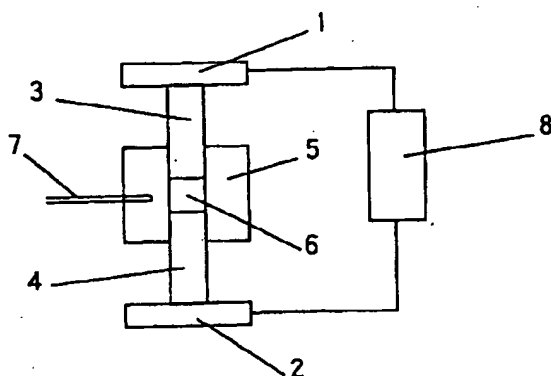
(54) 【発明の名称】 希土類磁石の製造方法および希土類磁石

(57) 【要約】

【目的】 希土類磁石において短時間で品質ばらつきの少ない均一な希土類磁石の製造方法を与えることにあ
る。

【構成】 原料粉末として希土類磁性粉末に亜鉛、鉛、錫、アルミニウム、アルミニウム合金、鉛錫合金等の融点が200℃～700℃の金属を添加したものを使用し放電プラズマ焼結法を用いて希土類磁石を製造する製造方法。

【効果】 金属に大電流が流れる際の発熱を利用するため加熱速度が早く均一な加熱が可能となりバラツキの少ない均一な希土類磁石が得られる。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 希土類磁石の製造方法において、希土類磁性粉末に融点が200～700℃の金属を1種または2種以上添加し、放電プラズマ焼結法を用いて製造することを特徴とする希土類磁石の製造方法。

【請求項2】 希土類磁石の製造方法において、希土類磁性粉末に亜鉛を添加し、放電プラズマ焼結法を用いて製造することを特徴とする請求項1記載の希土類磁石の製造方法。

【請求項3】 希土類磁石の製造方法において、希土類磁性粉末に錫を添加し、放電プラズマ焼結法を用いて製造することを特徴とする請求項1記載の希土類磁石の製造方法。

【請求項4】 希土類磁石の製造方法において、希土類磁性粉末に鉛を添加し、放電プラズマ焼結法を用いて製造することを特徴とする請求項1記載の希土類磁石の製造方法。

【請求項5】 希土類磁石の製造方法において、希土類磁性粉末にアルミニウムを添加し、放電プラズマ焼結法を用いて製造することを特徴とする請求項1記載の希土類磁石の製造方法。

【請求項6】 希土類磁石の製造方法において、希土類磁性粉末に鉛錫合金を添加し、放電プラズマ焼結法を用いて製造することを特徴とする請求項1記載の希土類磁石の製造方法。

【請求項7】 請求項1乃至7記載のいずれかの製造方法を用いて製造したことを特徴とする希土類磁石。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は希土類磁石の製造方法および希土類磁石に関するものである。

【0002】

【従来の技術】 現在、生産されている希土類磁石には焼結法による磁石と樹脂を添加して樹脂で固めるタイプの2種類がある。特に樹脂結合型磁石はOA機器、カメラ、家電製品等に使用される小型モーターを中心に需要が伸び、その生産数は年10数%の高い伸び率を示している。樹脂結合型希土類磁石には特公昭50-18559号公報等に開示されているような熱硬化性樹脂による圧縮成形法によるものや、特公昭55-33173号公報あるいは特公昭58-53491号公報等に開示されている射出成形法による磁石、さらに最近では特開昭61-121307号公報あるいは特開昭62-208612号公報等に開示されているような押出成形磁石がある。

【0003】 焼結と樹脂結合型磁石を比べると樹脂結合型磁石の方が製造方法が簡単で寸法精度が成形金型で決められ、かつ異形状容易にができる点からコスト的には有利と言える、しかし、性能的には焼結法の方が高く、また耐熱性についても樹脂結合型磁石は基本的に樹脂ベースの磁石の為に樹脂の耐熱温度以上では使用出来な

い。

【0004】 一般的に樹脂結合型磁石に使用されている樹脂としてはエポキシ樹脂、ポリアミド樹脂が多く、その耐熱温度は高くても200℃と考えられる。従って、200℃以上で使用する磁石については焼結磁石が使われることが多い。

【0005】 焼結磁石以外で200℃以上の環境で使用出来る磁石を得るには結合剤として金属を用いた結合型磁石が考えられるが、従来技術では磁性粉末に結合剤となる金属を添加し、ホットプレスで成形する方法がこれに相当する。

【0006】

【発明が解決しようとする課題】 しかし、従来技術では次の様な問題点があった。

【0007】 ホットプレスではその昇温、成形、冷却に時間がかかり生産性が低くなる上に、加熱が伝熱による為、成形時に成形体内部に温度差が生じそれが場所による密度差の大きな原因となり、性能ばらつきを引き起こすことになる。

【0008】 本発明は希土類磁石の製造方法に関わるものであり、その目的は希土類磁性粉末に融点が200～700℃の金属を添加し、放電プラズマ焼結法で成形することで効率的かつ品質ばらつきの少ない希土類磁石の製造方法を与え、該製造方法で製造された希土類磁石を与えるものである。

【0009】

【課題を解決するための手段】 本発明は、希土類磁性粉末に融点が200～700℃の金属を添加し、放電プラズマ焼結法を用いて製造することを特徴とする放電プラズマ焼結法とは、プラズマ活性化焼結法とも呼ばれる方法で加圧下において金属粉末にパルス状の電流を直接通電させることで粒子間に火花放電とプラズマ発生を引き起こさせ粉末を焼結させるものである。図1にその基本構成を示す。基本構成は成形の為にプレスと通電の為に電源及び成形型からなっている。この方法は1960年代に開発され金属間化合物、傾斜機能材料等の開発に応用されてきた。放電プラズマ焼結法は放電プラズマの発生を焼結のエネルギーとする為に場所による温度差が生じ難く、均質で高品位の焼結体が得られる。またその焼結速度も従来の焼結法に比べ速い。更にこれまで困難と言われていたセラミックスと金属の接合や多孔質焼結体の作製が可能なが特徴として上げられる。

【0010】 本発明はこの放電プラズマ焼結法を通常の金属またはセラミックスの焼結ではなく磁性粉末に添加した結合剤としての金属の溶解を引き起こす為の加熱手段として応用したものである。磁性粉末に融点が200～700℃の金属粉末を添加し型に充填した後、放電プラズマ焼結の原理に従い加圧しながらパルス電流を通電する、通電により結合剤として添加した金属粉末及び希土類磁性粉末自身が発熱する。加熱による温度上昇によ

って結合剤としての金属が融解し同時に行われる加圧により磁性粉末間の空隙に進入し、液状滑剤として機能し、成形体を緻密加させる。ある程度緻密化した後型を冷却し、成形体を取り出す。これにより金属を結合剤とした希土類磁石を得ることが出来る。

【0011】請求項1において結合剤として添加する金属の融点を200～700℃としたのは200℃以下では樹脂と比較して耐熱性的に優位性がなく、また700℃以上では磁性粉末の焼結が起こる為に結合剤を添加する意味がなくなるからである。

【0012】

【実施例】以下に実施例に従い説明する。

【0013】（実施例1）原料粉末としてNd、Fe、B、Coを主成分とした急冷薄帯法による磁性粉末を用いた。磁性粉末を振動ボールミルで平均粒径約36μmに粉砕した後、ふるいで90μm以上のものを取り除いた。得られた粉末に平均粒径20μmのアルミニウム合金BA4047（JIS Z 3263）粉末を1.0, 2.0wt%添加し、総重量5kgの粉末を容量15lの高速流動型混合機（6500RPM）で10分間混合した。得られた粉末40gを外径23mm、内径17mmのリング成形用金型に充填し、放電プラズマ焼結装置にセットした。焼結条件は加熱速度80度/分、焼結温度（保持温度）600℃、保持時間3分、冷却速度60℃/分、加圧力650kgf/cm²、電流値1000A～1500Aとした。

【0014】焼結後、成形体を取り出し高さ方向に5等分しアルキメデス法によりそれぞれの密度の測定を行った。尚、比較の為に同原料粉末を用いて同形状の磁石をホットプレスにより作製し同様の測定を行った（加熱は昇温速度50℃/分、保持温度600℃、成形保持時間3分、冷却速度30℃/分、成形圧力は650kgf/cm²とした）。

【0015】結果を図2に示す。

【0016】図2から本発明により場所による密度差の少ない均一な希土類磁石を得られることが分かる。

【0017】（実施例2）原料粉末としてNd、Fe、B、Coを主成分とした急冷薄帯法による磁性粉末を用いた。磁性粉末を振動ボールミルで平均粒径約36μmに粉砕した後、ふるいで90μm以上のものを取り除いた。得られた粉末に平均粒径20μmの亜鉛粉末を1.0, 2.0wt%添加し、総重量5kgの粉末を容量15lの高速流動型混合機（6500RPM）で10分間混合した。得られた粉末40gを外径23mm、内径17mmのリング成形用金型に充填し、放電プラズマ焼結装置にセットした。焼結条件は加熱速度80度/分、焼結温度（保持温度）450℃、保持時間3分、冷却速度60℃/分、加圧力650kgf/cm²、電流値1000A～1500Aとした。

【0018】焼結後、成形体を取り出し高さ方向に5等

分しアルキメデス法によりそれぞれの密度の測定を行った。尚、比較の為に同原料粉末を用いて同形状の磁石をホットプレスにより作製し同様の測定を行った（加熱は昇温速度50℃/分、保持温度450℃、成形保持時間3分、冷却速度30℃/分、成形圧力は650kgf/cm²とした）。

【0019】結果を図3に示す。

【0020】図3から本発明により場所による密度差の少ない均一な希土類磁石を得られることが分かる。

10 【0021】（実施例3）原料粉末としてNd、Fe、B、Coを主成分とした急冷薄帯法による磁性粉末を用いた。磁性粉末を振動ボールミルで平均粒径約36μmに粉砕した後、ふるいで90μm以上のものを取り除いた。得られた粉末に平均粒径20μmの鉛粉末を1.0, 2.0wt%添加し、総重量5kgの粉末を容量15lの高速流動型混合機（6500RPM）で10分間混合した。得られた粉末40gを外径23mm、内径17mmのリング成形用金型に充填し、放電プラズマ焼結装置にセットした。焼結条件は加熱速度80度/分、焼結温度（保持温度）350℃、保持時間3分、冷却速度60℃/分、加圧力650kgf/cm²、電流値1000A～1500Aとした。

【0022】焼結後、成形体を取り出し高さ方向に5等分しアルキメデス法によりそれぞれの密度の測定を行った。尚、比較の為に同原料粉末を用いて同形状の磁石をホットプレスにより作製し同様の測定を行った（加熱は昇温速度50℃/分、保持温度350℃、成形保持時間3分、冷却速度30℃/分、成形圧力は650kgf/cm²とした）。

30 【0023】結果を図4に示す。

【0024】図4から本発明により場所による密度差の少ない均一な希土類磁石を得られることが分かる。

40 【0025】（実施例4）原料粉末としてNd、Fe、B、Coを主成分とした急冷薄帯法による磁性粉末を用いた。磁性粉末を振動ボールミルで平均粒径約36μmに粉砕した後、ふるいで90μm以上のものを取り除いた。得られた粉末に平均粒径20μmの錫粉末を1.0, 2.0wt%添加し、総重量5kgの粉末を容量15lの高速流動型混合機（6500RPM）で10分間混合した。得られた粉末40gを外径23mm、内径17mmのリング成形用金型に充填し、放電プラズマ焼結装置にセットした。焼結条件は加熱速度80度/分、焼結温度（保持温度）250℃、保持時間3分、冷却速度60℃/分、加圧力650kgf/cm²、電流値1000A～1500Aとした。

50 【0026】焼結後、成形体を取り出し高さ方向に5等分しアルキメデス法によりそれぞれの密度の測定を行った。尚、比較の為に同原料粉末を用いて同形状の磁石をホットプレスにより作製し同様の測定を行った（加熱は昇温速度50℃/分、保持温度250℃、成形保持時間

3分、冷却速度30℃/分、成形圧力は650kgf/cm²とした)。

【0027】結果を図5に示す。

【0028】図5から本発明により場所による密度差の少ない均一な希土類磁石を得られることが分かる。

【0029】(実施例5)原料粉末としてNd、Fe、B、Coを主成分とした急冷薄帯法による磁性粉末を用いた。磁性粉末を振動ボールミルで平均粒径約36μmに粉砕した後、ふるいで90μm以上のものを取り除いた。得られた粉末に平均粒径20μmのアルミニウム粉末を1.0、2.0wt%添加し、総重量5kgの粉末を容量15lの高速流動型混合機(6500RPM)で10分間混合した。得られた粉末40gを外径23mm、内径17mmのリング成形用金型に充填し、放電プラズマ焼結装置にセットした。焼結条件は加熱速度80度/分、焼結温度(保持温度)700℃、保持時間3分、冷却速度30℃/分、加圧力650kgf/cm²、電流値1000A~1500Aとした。

【0030】焼結後、成形体を取り出し高さ方向に5等分しアルキメデス法によりそれぞれの密度の測定を行った。尚、比較の為に同原料粉末を用いて同形状の磁石をホットプレスにより作製し同様の測定を行った(加熱は昇温速度50℃/分、保持温度700℃、成形保持時間3分、冷却速度30℃/分、成形圧力は650kgf/cm²とした)。

【0031】結果を図6に示す。

【0032】図6から本発明により場所による密度差の少ない均一な希土類磁石を得られることが分かる。

【0033】(実施例6)原料粉末としてNd、Fe、B、Coを主成分とした急冷薄帯法による磁性粉末を用いた。磁性粉末を振動ボールミルで平均粒径約36μmに粉砕した後、ふるいで90μm以上のものを取り除いた。得られた粉末に平均粒径20μmの鉛錫合金40Sn(JIS Z 3282)粉末を1.0、2.0wt%添加し、総重量5kgの粉末を容量15lの高速流動型混合機(6500RPM)で10分間混合した。得られた粉末40gを外径23mm、内径17mmのリング成形用金型に充填し、放電プラズマ焼結装置にセットした。焼結条件は加熱速度80度/分、焼結温度(保持温度)250℃、保持時間3分、冷却速度30℃/分、加圧力650kgf/cm²、電流値1000A~15

00Aとした。

【0034】焼結後、成形体を取り出し高さ方向に5等分しアルキメデス法によりそれぞれの密度の測定を行った。尚、比較の為に同原料粉末を用いて同形状の磁石をホットプレスにより作製し同様の測定を行った(加熱は昇温速度50℃/分、保持温度250℃、成形保持時間3分、冷却速度30℃/分、成形圧力は650kgf/cm²とした)。

【0035】結果を図7に示す。

【0036】図7から本発明により場所による密度差の少ない均一な希土類磁石を得られることが分かる。

【0037】

【発明の効果】以上述べたように本発明による製造方法を用いることにより密度バラツキの少ない均一な希土類磁石が短時間で得られる。また、結合材が金属であることで耐熱性に優れた磁石が安価に製造できる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の実施例における放電プラズマ焼結装置の基本構成図である。

【図2】本発明によるアルミニウム合金粉末を用いた圧縮成型磁石の場所による密度変化。

【図3】本発明による亜鉛粉末を用いた圧縮成型磁石の場所による密度変化。

【図4】本発明による錫粉末を用いた圧縮成型磁石の場所による密度変化。

【図5】本発明による鉛粉末を用いた圧縮成型磁石の場所による密度変化。

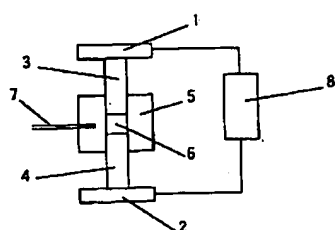
【図6】本発明によるアルミニウム粉末を用いた圧縮成型磁石の場所による密度変化。

【図7】本発明による鉛錫合金粉末を用いた圧縮成型磁石の場所による密度変化。

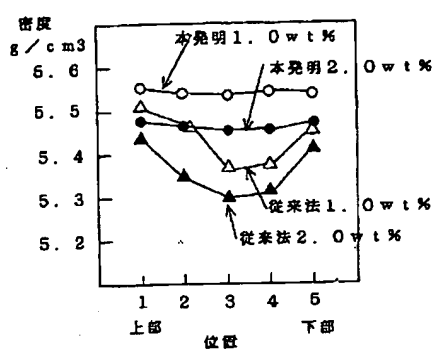
【符号の説明】

- 1 上電極
- 2 下電極
- 3 上パンチ
- 4 下パンチ
- 5 型
- 6 粉末
- 7 熱電対
- 8 電源

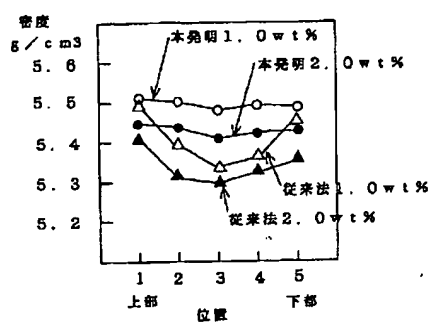
【図1】



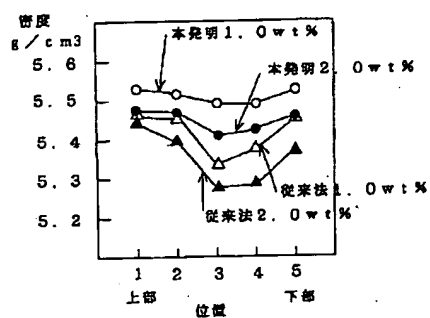
【図2】



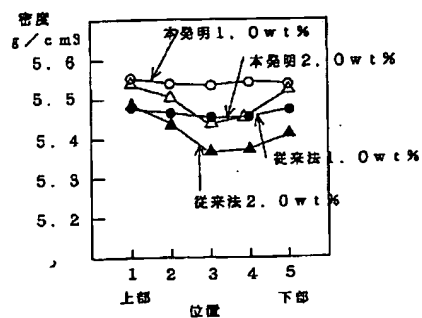
【図3】



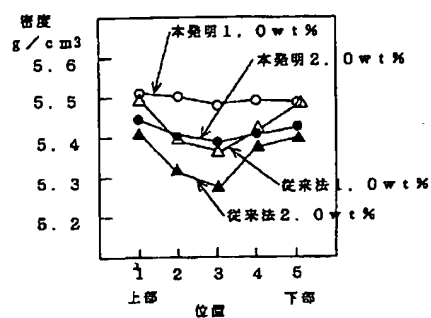
【図4】



【図5】



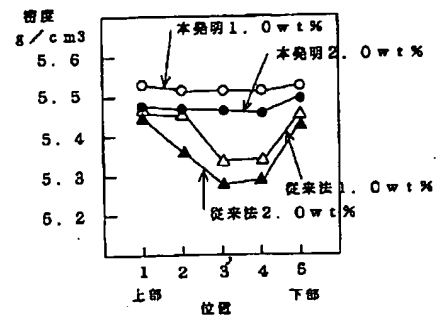
【図6】



(6)

特開平8-264361

【図7】



Partial Translation of
JP 08-264361 A (Cited Reference 2)

[Claims]

[Claim 1] A method for manufacturing a rare earth magnet, characterized in that one or more kinds of metal having a melting point of 200 to 700 °C is added to rare earth magnetic powder and that the magnet is manufactured by using discharge plasma sintering.

[Claim 2] A method for manufacturing a rare earth magnet according to claim 1, characterized in that zinc is added to rare earth magnetic powder and that the magnet is manufactured by using discharge plasma sintering.

[Claim 3] A method for manufacturing a rare earth magnet according to claim 1, characterized in that tin is added to rare earth magnetic powder and that the magnet is manufactured by using discharge plasma sintering.

[Claim 4] A method for manufacturing a rare earth magnet according to claim 1, characterized in that lead is added to rare earth magnetic powder and that the magnet is manufactured by using discharge plasma sintering.

[Claim 5] A method for manufacturing a rare earth magnet according to claim 1, characterized in that aluminum is added to rare earth magnetic powder and that the magnet is manufactured by using discharge plasma sintering.

[Claim 6] A method for manufacturing a rare earth magnet according to claim 1, characterized in that a lead/tin alloy is added to rare earth magnetic powder and that the magnet is manufactured by using discharge plasma sintering.

[Claim 7] A rare earth magnet manufactured by using a

method according to any one of claims 1 to 6.

.....

[0009]

[Means for Solving the Problem] The present invention is characterized in that one or more kinds of metal having a melting point of 200 to 700 °C is added to rare earth magnetic powder and that the magnet is manufactured by using discharge plasma sintering. A discharge plasma sintering process, which is also called a plasma-activated sintering process, passes a pulse-like electric current directly in metal powder under pressurization and thereby causes spark discharge and plasma generating and makes powder sinter. A basic configuration is shown in Figure 1. The basic configuration consists of a press for shaping, a power source for passing electric current, and a die. This process was developed in the 1960s and has been applied to development of an intermetallic compound, a functionally gradient material, etc. Because a discharge plasma sintering process uses the generating of the discharge plasma as energy for sintering, the temperature gradient by the location hardly happens, and a homogeneous high-definition sintered body is obtained. Moreover, the sintering rate is also quicker than that of a conventional sintering process. Furthermore, it is also characterized by its capability of junction of ceramics and metal and of production of a porous sintered body which were said to be difficult until now.

[0010] The present invention applies this discharge plasma sintering process not to sintering of usual metal or

ceramics but to a heating means for causing melting of metal as a binder added to magnetic powder. After adding metal powder having a melting point of 200 to 700 °C to magnetic powder and filling up a mold, pulse electric current is passed under pressure according to the principle of discharge plasma sintering. By passing electric current, the metal powder added as a binder and the rare earth magnetism powder itself generate heat. The temperature rise by heating melts the metal as a binder, and the melted metal advances into the opening between magnetic powder by simultaneous pressurization and functions as liquid lubricant, and the molded body becomes dense. After becoming dense to some extent, the mold is cooled, and the molded body is taken out. As a result, a rare earth magnet, which uses metal as a binder, can be obtained.

[0011] The melting point of metal added as a binder in claim 1 is 200 to 700 °C because a melting point below 200 °C is inferior in thermal resistance as compared with resin and because at not less than 700 °C sintering of magnetic powder takes place and makes addition of a binder meaningless.

[0012]

[Example] The invention will be explained below with reference to examples.

[0013] (Example 1) Magnetic powder, which comprises Nd, Fe, B, and Co as the principal component and was prepared by the quenching thin band method, was used as raw material powder. After grinding the magnetic powder using a vibration ball mill so that its mean particle diameter may become about 36 micrometers, particles having a diameter of

90 micrometers or more were removed using a screen. One (1.0) or two (2.0) percent by weight of aluminum alloy BA4047 (JIS Z 3263) powder having a mean particle diameter of 20 micrometers was added to the obtained powder, and 5 kg of the powder was mixed for 10 minutes using a high speed flow type mixer (6500 RPM) having a capacity of 15 liter. A ring-molding die with an outside diameter of 23 mm and an inside diameter of 17 mm was filled up with 40 grams of the obtained powder, and it was set in a discharge plasma sintering equipment. Sintering conditions were a heating rate of 80 degree/min, a sintering temperature (retention temperature) of 600 °C, a retention time of 3 minutes, a cooling temperature of 60 °C/min, and an applied pressure of 650 kgf/cm², and an electric current value of 1000 to 1500 A.

[0014] After sintering, the molded body was taken out, and was divided into 5 pieces equally in the height direction, and a density of each piece was measured by the Archimedes method. In addition, for the comparison, a magnet having the same shape was prepared using the same raw material powder with a hot press at a heating rate of 50 °C/min, a retention temperature of 600 °C, a molding retention time of 3 minutes, a cooling rate of 30 °C/min and a pressing pressure of 650 kgf/cm².

[0015] The result is shown in Figure 2.

[0016] Figure 2 shows that the present invention can provide a uniform rare earth magnet having little density variation by location.

.....